

28.10.2004

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年10月 6日  
Date of Application:

出願番号 特願2003-346851  
Application Number:  
[ST. 10/C]: [JP2003-346851]

REC'D 18 NOV 2004

WIPO

PCT

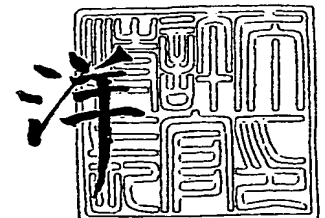
出願人 呉羽化学工業株式会社  
Applicant(s):

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年10月21日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川



【書類名】 特許願  
【整理番号】 P6047  
【提出日】 平成15年10月 6日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 B29C 65/08  
G03G 15/16

【発明者】  
【住所又は居所】 福島県いわき市錦町落合 1 6 呉羽化学工業株式会社錦総合研究所内  
【氏名】 北村 秀樹

【発明者】  
【住所又は居所】 福島県いわき市錦町落合 1 6 呉羽化学工業株式会社錦総合研究所内  
【氏名】 寺本 嘉吉

【発明者】  
【住所又は居所】 福島県いわき市錦町落合 1 6 呉羽化学工業株式会社錦総合研究所内  
【氏名】 鈴木 和元

【発明者】  
【住所又は居所】 福島県いわき市錦町落合 1 6 呉羽化学工業株式会社錦総合研究所内  
【氏名】 西畑 直光

【発明者】  
【住所又は居所】 福島県いわき市錦町落合 1 6 呉羽化学工業株式会社錦総合研究所内  
【氏名】 鈴木 康浩

【特許出願人】  
【識別番号】 000001100  
【氏名又は名称】 呉羽化学工業株式会社  
【代表者】 田中 宏

【代理人】  
【識別番号】 100093528  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 西川 繁明

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 062189  
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 要約書 1  
【包括委任状番号】 9005882

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

ポリエーテルエーテルケトン、及び該ポリエーテルエーテルケトン 100 重量部に対して 5～40 重量部の導電性フィラーを含有する樹脂組成物から形成された半導電性フィルムであって、

(a) 厚みの平均値が  $30 \sim 250 \mu\text{m}$  の範囲内、かつ厚みの最大値が最小値の 1～1.3 倍の範囲内であり、

(b) 体積抵抗率の平均値が  $1.0 \times 10^2 \sim 1.0 \times 10^{14} \Omega\text{cm}$  の範囲内、かつ体積抵抗率の最大値が最小値の 1～30 倍の範囲内であり、並びに

(c) JIS P 8115 に規定されている MIT 形試験機による耐折強さ試験法に従って、幅 15 mm の短冊型試験片を使用し、左右の折り曲げ角度 135 度、折り曲げ速度  $175 \text{ c/s}$ 、及び厚み  $100 \mu\text{m}$  当たりの荷重 9.8 N の条件で測定した切断するまでの往復折り曲げ回数が 5,000 回以上である

との特性 (a)～(c) を有する半導電性フィルム。

**【請求項 2】**

(d) JIS K 7113 に従って、幅 10 mm 及び長さ 100 mm の試験片を用いて、引張試験機により、引張速度  $50 \text{ mm/分}$  及びチャック間距離 50 mm の条件で測定した任意方向での引張破断伸びが 10 % 以上である

との特性 (d) を更に有する請求項 1 記載の半導電性フィルム。

**【請求項 3】**

(e) JIS K 7113 に従って、幅 10 mm 及び長さ 100 mm の試験片を用いて、引張試験機により、引張速度  $50 \text{ mm/分}$  及びチャック間距離 50 mm の条件で測定した任意方向での引張弾性率が 1.8 GPa 以上である

との特性 (e) を更に有する請求項 1 または 2 記載の半導電性フィルム。

**【請求項 4】**

(f) JIS K 6252 に従って測定したフィルムの押出方向 (MD) の引裂強度 (M) と、押出方向に対して直角方向 (TD) の引裂強度 (T) との比 (M/T) が  $2/3 \sim 3/2$  の範囲内である

との特性 (f) を更に有する請求項 1 ないし 3 のいずれか 1 項に記載の半導電性フィルム。

**【請求項 5】**

(g) 示差走査熱量計 (DSC) による熱分析により、 $150 \sim 200^\circ\text{C}$  の範囲内に  $10 \text{ J/g}$  以上の結晶化吸熱  $\Delta H$  を示すピークが検知される

との特性 (f) を有する請求項 1 ないし 4 のいずれか 1 項に記載の半導電性フィルム。

**【請求項 6】**

導電性フィラー (B) が、導電性カーボンブラックである請求項 1 ないし 5 のいずれか 1 項に記載の半導電性フィルム。

**【請求項 7】**

導電性カーボンブラックが、 $30 \sim 700 \text{ ml/100 g}$  の範囲内の DBP 吸油量を有するものである請求項 6 記載の半導電性フィルム。

**【請求項 8】**

請求項 1 ないし 7 のいずれか 1 項に記載の半導電性フィルムを用いて形成された電荷制御部材。

**【請求項 9】**

ローラ基体上に、半導電性フィルムから形成されたチューブが被覆された半導電性被覆ローラである請求項 8 記載の電荷制御部材。

**【請求項 10】**

半導電性フィルムから形成された半導電性ベルトである請求項 8 記載の電荷制御部材。

**【請求項 11】**

ポリエーテルエーテルケトン、及び該ポリエーテルエーテルケトン 100 重量部に対し

て5～40重量部の導電性フィラーを含有する樹脂組成物を押出機に供給し、該樹脂組成物の温度を350～410℃の範囲内に制御しながら、リップクリアランスを1.0mm以下に調整したTダイからフィルム状に熔融押出し、次いで、熔融状態のフィルムを60～120℃の範囲内の温度に制御した冷却ロールと接触させて冷却固化する半導電性フィルムの製造方法。

【請求項12】

ポリエーテルエーテルケトン、及び該ポリエーテルエーテルケトン100重量部に対して5～40重量部の導電性フィラーを含有する樹脂組成物を押出機に供給し、該樹脂組成物の温度を350～410℃の範囲内に制御しながら、リップクリアランスを1.0mm以下に調整した環状ダイからチューブ状フィルムとして熔融押出し、次いで、熔融状態のチューブ状フィルムを60～120℃の範囲内の温度に制御した冷却マンドレルを通して冷却固化する半導電性フィルムの製造方法。

【請求項13】

冷却固化後に、

- (a) 厚みの平均値が30～250  $\mu\text{m}$ の範囲内で、かつ、厚みの最大値が最小値の1～1.3倍の範囲内であり、
- (b) 体積抵抗率の平均値が $1.0 \times 10^2 \sim 1.0 \times 10^{14} \Omega\text{cm}$ の範囲内で、かつ、体積抵抗率の最大値が最小値の1～30倍の範囲内であり、並びに
- (c) JIS P 8115に規定されているMIT形試験機による耐折強さ試験法に従って、左右の折り曲げ角度135度、折り曲げ速度175 c/s、及び厚み100  $\mu\text{m}$ 当たりの荷重9.8Nの条件で測定した切断するまでの往復折り曲げ回数が5,000回以上である

との特性(a)～(c)を有する半導電性フィルムを得る請求項11または12記載の製造方法。

## 【書類名】明細書

【発明の名称】半導電性フィルム、電荷制御部材、及び半導電性フィルムの製造方法

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、ポリエーテルエーテルケトン（以下、「PEEK」と略記）及び導電性フィラーを含有する樹脂組成物から形成された半導電性フィルムとその製造方法に関する。また、本発明は、該半導電性フィルムを用いて形成された電荷制御部材に関する。本発明の半導電性フィルムは、電子写真方式や静電記録方式の画像形成装置における帯電ベルトや転写ベルトなどの電荷制御部材としての用途に好適である。

## 【背景技術】

## 【0002】

半導電性領域の体積抵抗率を持つ合成樹脂フィルムは、電荷制御部材(Charge Controlling Members)の原料として様々な分野で使用されている。電荷制御部材が用いられる代表的な技術分野としては、電子写真方式（静電記録方式を含む）の複写機、レーザービームプリンタ、ファクシミリなどの画像形成装置が挙げられる。

## 【0003】

例えば、電子写真方式の複写機では、(1)感光体表面を均一かつ一様に帯電させる帯電工程、(2)帯電した感光体表面をパターン状に露光することにより静電潜像を形成する露光工程、(3)感光体表面の静電潜像に現像剤（トナー）を付着させて可視像（トナー像）とする現像工程、(4)感光体表面のトナー像を転写材（例えば、転写紙及びOHPシート）上に転写する転写工程、(5)転写材上のトナー像を融着させる定着工程、(6)感光体表面の残留トナーを清掃するクリーニング工程、及び(7)感光体表面の残留電荷を消滅させる除電工程を含む一連の工程によって、画像が形成されている。

## 【0004】

このような画像形成装置においては、前記各工程での機能を担うために、ベルト、ローラ、ドラム、ブレードなどの各種形状を有する多数の部材が配置されている。このような部材としては、例えば、帯電部材（例えば、帯電ベルト、帯電ローラ）、感光体ドラム（例えば、感光体層とそれを支持するためのベルト状またはローラ状支持体）、現像部材（例えば、現像ローラ、現像ベルト）、現像剤層厚規制部材（例えば、トナー層厚規制ブレード）、転写部材（例えば、転写ベルト、中間転写ベルト、転写ローラ）、クリーニング部材（例えば、クリーニングブレード）、除電部材（例えば、除電ブレード、除電ベルト、除電ローラ）、紙搬送部材が挙げられる。ベルト部材は、通常、エンドレスベルトまたはチューブの形状を有している。ローラ部材は、ローラ基体上に樹脂またはゴムの被覆層を有する被覆ローラである。

## 【0005】

前記各工程では、静電気または電荷を厳密に制御する必要があるため、各工程で 사용되는部材の多くは、適度の導電性を有することが求められている。例えば、帯電ベルトを用いた帯電方式では、電圧を印加した帯電ベルトを感光体表面に接触させることにより、帯電ベルトから感光体表面に直接電荷を与えて帯電させている。非磁性一成分現像剤を用いた現像方式では、感光体に対向して現像ローラを配置し、現像ローラとトナー供給ローラとの間の摩擦力により、トナーを現像ローラ表面に帯電状態で付着させ、これをトナー層厚規制ブレードで均一な厚みにならした後、感光体表面の静電潜像に対して電気吸引力により移行させている。エンドレスベルトを用いた転写方式では、エンドレスベルトにより転写材を搬送するとともに、該ベルトにトナーとは逆極性の電荷を付与して転写電界を形成し、クーロン力で感光体表面のトナー像を転写材上に転写している。

## 【0006】

このような各種部材の多くは、それぞれの機能を発揮するために、部材全体または少なくとも表面層が適度の導電性を有すること、より具体的には、半導電性領域に属する $10^2 \sim 10^{14} \Omega \text{cm}$ 、好ましくは $10^3 \sim 10^{14} \Omega \text{cm}$ の範囲内の体積抵抗率を有することが求められている。これらの部材は、半導電性であることにより、電荷制御機能を発

揮することができるため、電荷制御部材であるということが出来る。近年、このような電荷制御部材として、適度の導電性を付与した合成樹脂材料により形成された部材が汎用されるに至っている。

#### 【0007】

インクジェット方式のプリンターにおいても、紙搬送部材（例えば、ベルト）等の電荷を制御することによって、紙の吸着、搬送、分離、付着物のクリーニングなどの各工程が実施されており、各種の電荷制御部材が用いられている。合成樹脂製の壁紙やOA機器外装材などでも、塵埃吸着防止のため、半導電性を有することが望まれている。

#### 【0008】

合成樹脂材料により形成された電荷制御部材には、半導電性領域の体積抵抗率を有することに加えて、該部材の場所による体積抵抗率のバラツキが小さいことが好ましく、実質的に均一であることがより好ましい。例えば、体積抵抗率のバラツキが大きい帯電ベルトを用いると、感光体表面を均一に帯電させることができない。体積抵抗率のバラツキが大きい転写ベルトを用いると、感光体表面のトナー像を正確に転写材上に転写することができない。その結果、高品質の画像を得ることができなくなる。

#### 【0009】

また、合成樹脂材料により形成された電荷制御部材には、高度の耐久性を有することが求められている。電荷制御部材がエンドレスベルトである場合には、2本以上のロールを用いて長期間にわたって駆動される。ローラ部材である場合には、高速回転させられる。そのため、電荷制御部材には、このような過酷な稼動条件に耐えるだけの十分な耐久性が必要とされる。機械的特性としては、特に引張弾性率と引張破断伸びが共に優れていることが望ましい。例えば、ベルトの引張弾性率が低すぎると、ベルトに歪みが生じて、それ自体の耐久性が損なわれるだけでなく、中間転写ベルトの場合には、ベルト上に転写されたトナー像の歪みや色ずれの原因となる。電荷制御部材の引張破断伸びが低すぎると、柔軟性が不足して、異物の巻き込み等による割れが発生し易くなる。

#### 【0010】

電荷制御部材は、高温雰囲気下で使用されることが多く、しかも電子写真複写機に装着されている電荷制御部材などは、100Vから数kVまたはそれ以上の高電圧が印加される場合があるため、スパークや加熱による引火の危険に曝されている。このため、合成樹脂材料により形成された電荷制御部材には、耐熱性と難燃性に優れていることが求められている。

#### 【0011】

フッ素樹脂に導電性カーボンブラックを分散させた樹脂組成物から形成されたフィルムは、半導電性領域の体積抵抗率を示し、耐熱性や難燃性に優れている。しかし、該フィルムは、場所による体積抵抗率のバラツキが大きく、しかも使用後の焼却処分が難しい。

#### 【0012】

熱可塑性ポリエステル樹脂に導電性カーボンブラックを分散させた樹脂組成物から形成されたフィルムは、場所による体積抵抗率のバラツキが大きいことに加えて、70℃でのクリープが大きいという問題がある。クリープが大きすぎるベルトは、駆動ローラの型がついて変形し易く、また、ベルトの歪みで画像不良を発生し易い。電荷制御部材や該部材を装備した画像形成装置などの機器を車や船舶で輸送する場合、車内や船内温度は70℃程度の高温になることが多い。そのため、電荷制御部材には、70℃程度の高温でのクリープが小さいことが求められる。

#### 【0013】

電子写真方式の複写機などの画像形成装置の内部は、稼動中、比較的高温状態になる。合成樹脂材料により形成された電荷制御部材は、そのような高温条件下で変形したり、他の部材に溶着したりしないだけの耐熱性を有することが必要である。特に、転写ベルトなどのベルト部材は、静止時も2本以上の駆動ロールによって張力が掛けられているため、高温での伸びなどの永久変形が小さなこと、換言すれば、高温でのクリープが極力小さいことが必要である。電荷制御部材に要求される耐熱温度は、用途や電荷制御部材を装着し

た機器の設計によって異なってくるが、例えば、転写ベルトの場合 50～70℃程度である。

#### 【0014】

ポリイミド樹脂は、耐熱性などの諸特性に優れており、ポリイミド樹脂に導電性カーボンブラックを分散させた樹脂組成物からなるフィルムやベルトが知られている。しかし、ポリイミド樹脂の多くは、溶融押出成形が困難であるため、ポリイミド前駆体を含有するワニスを用いた湿式成形法によりフィルムやベルトなどの成形物を成形する必要がある、多大な製造コストを必要とする。ワニス中での導電性カーボンブラックの不均一分散により、成形物の場所による体積抵抗率のバラツキも大きい。

#### 【0015】

ポリエーテルエーテルケトン（PEEK）は、結晶性ポリマーでありながら、分子構造上の設計により、その結晶化度が適度に抑制され、非晶性ポリマーとしての特性を併せもっている。すなわち、PEEKは、耐薬品性、耐疲労性、強靱性、耐摩耗性、摺動性、耐熱性に優れている。PEEKは、70℃でのクリープ特性にも優れている。また、PEEKは、高温で高弾性率をもち、耐衝撃性や耐屈曲性に優れている。さらに、PEEKは、高い難燃性を示し、しかも燃焼時における煙や毒性ガスの発生が殆んどない。

#### 【0016】

そのため、従来より、PEEKを用いた各種の半導電性成形物が提案されている。例えば、PEEKに導電性粉末を含有させた成形用材料をパイプ状に射出成形して得られた電子写真用感光体基材（例えば、特許文献1参照。）、PEEKに導電性カーボンブラックと黒鉛とポリテトラフルオロエチレンとを添加した導電性樹脂組成物をプレス成形してなる成形品（例えば、特許文献2参照。）、PEEKに導電性カーボンブラックを配合した樹脂組成物を射出成形してなるウェハキャリア（例えば、特許文献3参照。）などが提案されている。

#### 【0017】

しかし、PEEKに導電性フィラーを添加した樹脂組成物を用いて、均一な厚みを有し、場所による体積抵抗率のバラツキが小さく、機械的強度にも優れた半導電性フィルムを製造することは極めて困難であった。例えば、非晶性のPEEKシートを二軸延伸することにより、二軸延伸フィルムを製造することができる（例えば、特許文献4参照。）。しかし、PEEKに導電性フィラーを添加した樹脂組成物を用いて非晶性シートを作製し、該非晶性シートを二軸延伸すると、延伸時にシートが破断して、満足できる二軸延伸フィルムを製造することが極めて困難である。また、PEEKと導電性フィラーとを含有する樹脂組成物を用いて、一軸延伸または二軸延伸フィルムを作製すると、分子配向によって、場所による体積抵抗率のバラツキが大きくなり易い。

#### 【0018】

ドロウダウンにより、非晶性または結晶性のPEEKフィルムを得る方法が知られている。しかし、PEEKに導電性フィラーを分散させた樹脂組成物を用いてドロウダウン法により半導電性フィルムを製造すると、均一な厚みに制御することが困難であり、しかも半導電性フィルムが流れ方向に裂け易くなる傾向がある。さらに、この方法では、PEEKの分子配向によって半導電性フィルムの体積抵抗率が不均一になり易い。

#### 【0019】

例えば、PEEKにDBP吸油量が異なる2種類の導電性カーボンブラックを添加した樹脂組成物を用いて、スパイラルダイ温度385℃、内部冷却温度20℃の条件でチューブ状のフィルムを製造する方法が提案されている（例えば、特許文献5～6参照。）。しかし、このような成膜条件では、厚みが均一な半導電性フィルムを得ることが困難である。また、得られた半導電性チューブは、流れ方向に裂け易くなる。

#### 【0020】

PEEKに導電性カーボンブラックを添加した樹脂組成物を押出成形によりチューブ状に成形し、直ちに冷却させる方法が提案されている（例えば、特許文献7参照。）。しかし、この方法でも、厚みが均一になるように制御することが困難であり、場所による体積

抵抗率のバラツキが大きく、流れ方向（押出方向）に裂け易い。

【0021】

【特許文献1】特開平3-48858号公報

【特許文献2】特開平3-91556号公報

【特許文献3】特開平9-36216号公報

【特許文献4】特開平4-101827号公報

【特許文献5】特開平7-85722号公報

【特許文献6】特開平7-90110号公報

【特許文献7】特開2000-275974号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0022】

本発明の目的は、ポリエーテルエーテルケトンと導電性フィラーとを含有する樹脂組成物から形成された半導電性フィルムであって、厚みのバラツキと体積抵抗率のバラツキが小さく、しかも耐折強さ（耐屈曲性）が顕著に優れた半導電性フィルムとその製造方法を提供することにある。

【0023】

また、本発明の目的は、ポリエーテルエーテルケトンと導電性フィラーとを含有する樹脂組成物から形成され、前記特性に加えて、引張弾性率、引張伸び、引裂強度に優れ、成形方向による引裂強度の異方性がなく、耐熱性や難燃性も良好な半導電性フィルムとその製造方法を提供することにある。

【0024】

本発明の他の目的は、前記の如き優れた特性を有する半導電性フィルムから形成されたベルトや被覆ローラなどの帯電制御部材を提供することにある。

【0025】

本発明者らは、前記課題を解決するために鋭意研究した結果、PEEKと導電性フィラーを含有する樹脂組成物を押出機に供給し、該樹脂組成物の温度を350～410℃の範囲内に制御しながら、リップクリアランスを1.0mm以下に調整したTダイまたは環状ダイからフィルム状に溶融押出し、次いで、溶融状態のフィルムを60～120℃の範囲内の温度に制御した冷却ロールまたは冷却マンドレルにより冷却固化する方法に想到した。

【0026】

特に、リップクリアランスを狭く調整し、かつ、溶融フィルムを急冷するのではなく、適度の高温に制御した冷却ロールまたは冷却マンドレルにより冷却固化することが、諸特性が高度にバランスした半導電性フィルムを得る上で重要である。本発明の製造方法によれば、前記の如き諸特性に優れた半導電性フィルムを得ることができる。本発明は、これらの知見に基づいて完成するに至ったものである。

【課題を解決するための手段】

【0027】

本発明によれば、ポリエーテルエーテルケトン、及び該ポリエーテルエーテルケトン100重量部に対して5～40重量部の導電性フィラーを含有する樹脂組成物から形成された半導電性フィルムであって、

(a) 厚みの平均値が30～250 $\mu$ mの範囲内で、かつ厚みの最大値が最小値の1～1.3倍の範囲内であり、

(b) 体積抵抗率の平均値が $1.0 \times 10^2 \sim 1.0 \times 10^{14} \Omega \text{cm}$ の範囲内で、かつ体積抵抗率の最大値が最小値の1～30倍の範囲内であり、並びに

(c) JIS P 8115に規定されているMIT形試験機による耐折強さ試験法に従って、幅15mmの短冊型試験片を使用し、左右の折り曲げ角度135度、折り曲げ速度175c/s、及び厚み100 $\mu$ m当たりの荷重9.8Nの条件で測定した切断するまでの往復折り曲げ回数が5,000回以上である



との特性 (a) ~ (c) を有する半導電性フィルムが提供される。

【0028】

また、本発明によれば、前記の半導電性フィルムを用いて形成された電荷制御部材が提供される。

【0029】

さらに、本発明によれば、ポリエーテルエーテルケトン、及び該ポリエーテルエーテルケトン 100 重量部に対して 5 ~ 40 重量部の導電性フィラーを含有する樹脂組成物を押出機に供給し、該樹脂組成物の温度を 350 ~ 410 °C の範囲内に制御しながら、リップクリアランスを 1.0 mm 以下に調整した T ダイからフィルム状に熔融押出し、次いで、熔融状態のフィルムを 60 ~ 120 °C の範囲内の温度に制御した冷却ロールと接触させて冷却固化する半導電性フィルムの製造方法が提供される。

【0030】

さらにまた、本発明によれば、ポリエーテルエーテルケトン、及び該ポリエーテルエーテルケトン 100 重量部に対して 5 ~ 40 重量部の導電性フィラーを含有する樹脂組成物を押出機に供給し、該樹脂組成物の温度を 350 ~ 410 °C の範囲内に制御しながら、リップクリアランスを 1.0 mm 以下に調整した環状ダイからチューブ状フィルムとして熔融押出し、次いで、熔融状態のチューブ状フィルムを 60 ~ 120 °C の範囲内の温度に制御した冷却マンドレルを通して冷却固化する半導電性フィルムの製造方法が提供される。

【発明の効果】

【0031】

本発明によれば、ポリエーテルエーテルケトンと導電性フィラーとを含有する樹脂組成物から形成された半導電性フィルムであって、厚みのバラツキと体積抵抗率のバラツキが小さく、しかも耐折強さ（耐屈曲性）が顕著に優れた半導電性フィルムとその製造方法が提供される。

【0032】

また、本発明によれば、ポリエーテルエーテルケトンと導電性フィラーとを含有する樹脂組成物から形成され、前記特性に加えて、引張弾性率、引張伸び、引裂強度に優れ、成形方向による引裂強度の異方性がなく、耐熱性や難燃性も良好な半導電性フィルムとその製造方法が提供される。本発明の半導電性フィルムを用いて、画像形成装置などに配置されるベルトや被覆ローラなどの帯電制御部材を形成することがでる。

【発明を実施するための最良の形態】

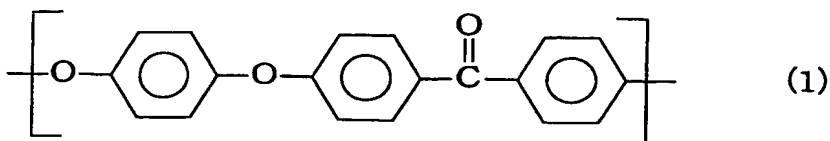
【0033】

# 1. ポリエーテルエーテルケトン (PEEK)

本発明で使用するポリエーテルエーテルケトン (PEEK) は、下記式 (1)

【0034】

【化1】



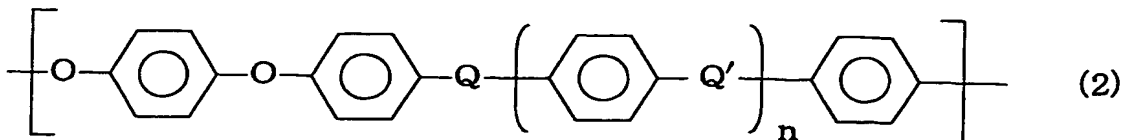
【0035】

で表わされる構造単位（繰り返し単位）を有する単独重合体であることが好ましい。

また、PEEKとして、上記式 (1) で表される構造単位と下記式 (2)

【0036】

【化2】



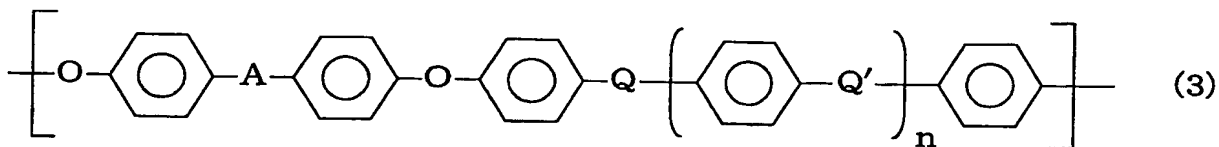
## 【0037】

(式中、Q及びQ'は、互に同一または異なってもよく、 $-CO-$ または $-SO_2-$ であり、nは、0または1である。)

で表わされる構造単位、及び／または下記式(3)

## 【0038】

## 【化3】



## 【0039】

(式中、Aは、二価の低級脂肪族炭化水素基であり、Q及びQ'は、互に同一または異なってもよく、 $-CO-$ または $-SO_2-$ であり、nは、0または1である。)

で表わされる構造単位を有する共重合体を使用することができる。共重合体中の式(2)及び式(3)で表わされる構造単位の割合は、通常50モル%以下、好ましくは20モル%以下、より好ましくは10モル%以下である。

## 【0040】

前記PEEKは、それぞれ単独で、あるいは2種類以上を組み合わせ使用することができる。市販品として代表的なものには、ビクトレックス(Victrex)社製の商品名「ビクトレックスPEEK」シリーズが挙げられる。それらの中でも本発明で使用するのに特に好ましいグレードとして、「ビクトレックスPEEK 450G」が挙げられる。

## 【0041】

## 2. 導電性フィラー

本発明で使用する導電性フィラーとしては、特に制限されず、例えば、導電性カーボンブラック、黒鉛粉末、金属粉末、表面を導電処理した酸化金属ウイスキーなどが挙げられる。これらの中でも、体積抵抗率の制御性や機械物性などの観点から、導電性カーボンブラックが特に好ましい。

## 【0042】

本発明で使用する導電性カーボンブラックは、導電性を有するものであれば特に制限はなく、例えば、アセチレンブラック、オイルファーネスブラック、サーマルブラック、チャンネルブラックを挙げることができる。これらの中でも、アセチレンブラック、及びオイルファーネスブラックが好ましい。これらの導電性カーボンブラックは、それぞれ単独で、あるいは2種以上を組み合わせ使用することができる。

## 【0043】

導電性カーボンブラックのDBP吸油量は、通常30~700ml/100g、好ましくは80~500ml/100g、より好ましくは100~400ml/100gの範囲内である。導電性カーボンブラックのDBP吸油量が低過ぎると、半導電性フィルムの体積抵抗率を所望の半導電性領域に制御することが困難となり、高過ぎると、PEEKへの分散が悪くなり易い。DBP吸油量が異なる2種以上の導電性カーボンブラックを組み合わせ使用することもできる。

## 【0044】

DBP吸油量は、導電性カーボンブラック100g当りに包含される油のml数であり、常法に従って、ジブチルフタレートアブソプトメータを用いて測定することができる。より具体的に、DBP吸油量は、ASTM D2414に規定された方法に従って測定することができる。測定装置(Absorptometer)のチャンパー内に導電性カーボンブラックを入れ、そのチャンパー内に、一定速度でDBP(n-ジブチルフタレート)を加える。DBPを吸収するに従い、導電性カーボンブラックの粘度は上昇するが、その粘度がある程度に達した時までに吸収したDBPの量に基づいてDBP吸油量を算出する。粘度の検出は、トルクセンサーで行う。

## 【0045】

導電性カーボンブラックの揮発分の含有量は、好ましくは1.5重量%以下、より好ましくは1.0重量%以下、特に好ましくは0.5重量%以下である。揮発分とは、950℃での加熱脱着ガスである。導電性カーボンブラックの窒素比表面積は、通常50~2000m<sup>2</sup>/gである。

## 【0046】

導電性フィラーの配合割合は、使用する導電性フィラーの種類によって異なるが、PEEK100重量部に対して、5~40重量部、好ましくは5~30重量部、より好ましくは6~20重量部である。導電性フィラーの配合割合が大き過ぎると、半導電性フィルムの体積抵抗率が低くなりすぎたり、機械特性が低下することがある。導電性フィラーの配合割合が小さ過ぎると、半導電性フィルムの体積抵抗率を所望の半導電性領域に制御することが困難となる。DBP吸油量が大きく、揮発分の含有量が少ない導電性カーボンブラック、例えばオイルファーネスブラックの場合、導電性カーボンブラックの配合割合は、PEEK100重量部に対して、好ましくは5~15重量部、より好ましくは6~10重量部程度であっても、良好な結果を得ることができる。

## 【0047】

本発明で使用する導電性フィラーの体積抵抗率は、10<sup>2</sup>Ωcm未満であることが好ましく、10Ωcm未満であることがより好ましい。導電性フィラーの体積抵抗率が高すぎると、半導電性フィルムの体積抵抗率を所望の半導電性領域に制御することが困難となる。導電性フィラーの体積抵抗率の下限は、通常、金属粉末や金属繊維などの金属材料の体積抵抗率である。

## 【0048】

本発明で使用する導電性フィラーの粒径(d<sub>50</sub>)は、半導電性フィルムの厚みよりも十分に小さいことが望ましい。導電性フィラーの粒径は、好ましくは50μm未満、より好ましくは10μm未満、特に好ましくは1μm未満である。導電性フィラーの粒径が大きすぎると、半導電性フィルムの裏表で電気の短絡が生じ易く、しかも該フィルムの表面の平滑性を損ね易い。

## 【0049】

## 3. その他の熱可塑性樹脂

本発明の半導電性フィルムを形成するのに用いる樹脂組成物には、本発明の前記目的を損なわない少量の範囲内において、その他の熱可塑性樹脂を配合することができる。その他の熱可塑性樹脂としては、高温において安定な熱可塑性樹脂が好ましく、その具体例としては、例えば、ポリフェニレンスルフィドなどのポリアリーレンスルフィド樹脂；ポリエチレンテレフタレートやポリブチレンテレフタレートなどの熱可塑性ポリエステル樹脂；ポリテトラフルオロエチレン、テトラフルオロエチレン/ヘキサフルオロプロピレン共重合体、テトラフルオロエチレン/パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体、ポリクロロトリフルオロエチレン、ポリフッ化ビニリデン、ポリフッ化ビニリデン/ヘキサフルオロプロピレン共重合体、プロピレン/テトラフルオロエチレン共重合体、フッ化ビニリデン/クロロトリフルオロエチレン共重合体、エチレン/ヘキサフルオロプロピレン共重合体などのフッ素樹脂；ポリアセタール、ポリスチレン、ポリアミド、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、ポリエーテルイミド、ポリアルキルアクリレート、ABS樹脂、ポリ塩化ビニルを挙げることができる。これらの熱可塑性樹脂は、それぞれ単独で、あるいは2種以上を組み合わせ使用することができる。

## 【0050】

その他の熱可塑性樹脂は、PEEKが有する諸特性を損なわない少量の範囲内で使用される。その他の熱可塑性樹脂の配合割合は、PEEK100重量部に対して、好ましくは30重量部以下、より好ましくは10重量部以下、特に好ましくは5重量部以下である。

## 【0051】

## 4. 充填剤

本発明の半導電性フィルムを形成するのに用いる樹脂組成物には、所望により各種充填

剤を配合することができる。充填剤としては、例えば、ガラス繊維、炭素繊維、アスベスト繊維、シリカ繊維、アルミナ繊維、ジルコニア繊維、窒化硼素繊維、窒化珪素繊維、硼素繊維、チタン酸カリ繊維などの無機繊維状物；ステンレス、アルミニウム、チタン、銅、真鍮等の金属繊維状物；ポリアミド、フッ素樹脂、ポリエステル樹脂、アクリル樹脂などの高融点の有機質繊維状物；等の繊維状充填剤が挙げられる。

#### 【0052】

非繊維状の充填剤としては、例えば、マイカ、シリカ、タルク、アルミナ、ガオリン、硫酸カルシウム、炭酸カルシウム、酸化チタン、フェライト、クレー、ガラス粉、酸化亜鉛、炭酸ニッケル、酸化鉄、石英粉末、炭酸マグネシウム、硫酸バリウム等の粒状または粉末状充填剤を挙げることができる。

#### 【0053】

これらの充填剤の中でも、非導電性の粒状または粉末状の充填剤が好ましい。これらの充填剤は、それぞれ単独で、あるいは2種以上を組み合わせ使用することができる。充填剤は、必要に応じて、集束剤または表面処理剤により処理してもよい。集束剤または表面処理剤としては、例えば、エポキシ系化合物、イソシアネート系化合物、シラン系化合物、チタネート系化合物などの官能性化合物が挙げられる。これらの化合物は、充填剤に対して、予め表面処理または集束処理を施して用いるか、あるいは樹脂組成物の調製の際に同時に添加してもよい。

#### 【0054】

これら充填剤の配合割合は、樹脂成分100重量部に対して、通常0～100重量部、好ましくは0～30重量部、より好ましくは0～10重量部、特に好ましくは0～5重量部の範囲内である。

#### 【0055】

充填剤の粒径は、フィルム厚みよりも十分に小さいことが望ましい。充填剤の粒径は、好ましくは50 $\mu$ m未満、より好ましくは10 $\mu$ m未満、特に好ましくは1 $\mu$ m未満である。充填剤の粒径が大きすぎると、半導電性フィルムの表面の平滑性を損ね易い。

#### 【0056】

### 5. その他の添加剤

本発明の半導電性フィルムを形成するのに用いる樹脂組成物には、前記以外のその他の添加剤として、例えば、エチレングリシジルメタクリレートのような樹脂改良剤、ペンタエリスリトールテトラステアレートのような滑剤、熱硬化性樹脂、酸化防止剤、紫外線吸収剤、ボロンナイトライドのような核剤、赤燐粉末のような難燃剤、染料や顔料等の着色剤を適宜添加することができるが、これらのものに限定されない。

#### 【0057】

### 6. 半導電性フィルム

本発明の半導電性フィルムの厚みの平均値は、30～250 $\mu$ m、好ましくは40～150 $\mu$ m、より好ましくは45～100 $\mu$ mの範囲内である。半導電性フィルムの厚みが薄過ぎると、フィルム厚みを均一にするのが難しくなり、厚すぎると、柔軟性が低下する。

#### 【0058】

本発明の半導電性フィルムを用いて形成した電荷制御部材が均一な電荷制御機能を発揮するには、フィルムの厚みのバラツキが小さなことが望ましい。具体的に、本発明の半導電性フィルムは、その厚みの最大値が最小値の1～1.3倍、好ましくは1～1.2倍、より好ましくは1～1.1倍の範囲内にある。半導電性フィルムの厚みの平均値及びバラツキの測定法は、後記の実施例に示されているとおりである。

#### 【0059】

本発明の半導電性フィルムの体積抵抗率の平均値は、 $1.0 \times 10^2 \sim 1.0 \times 10^{14} \Omega \text{cm}$ 、好ましくは $1.0 \times 10^3 \sim 1.0 \times 10^{14} \Omega \text{cm}$ 、より好ましくは $1.0 \times 10^4 \sim 10^{14} \Omega \text{cm}$ の範囲内である。本発明の半導電性フィルムからなる電荷制御部材を現像剤担持体の被覆チューブ、感光ベルトまたはロール被覆チューブ、除電ベルト

またはロール被覆チューブ若しくはブレードとして使用する場合には、その体積抵抗率（平均値）は、好ましくは $1.0 \times 10^3 \sim 1.0 \times 10^9 \Omega \text{cm}$ 、より好ましくは $1.0 \times 10^3 \sim 1.0 \times 10^6 \Omega \text{cm}$ の範囲内である。

#### 【0060】

本発明の半導電性フィルムからなる電荷制御部材を紙搬送ベルトとして使用する場合には、その体積抵抗率の平均値は、好ましくは $1.0 \times 10^8 \sim 1.0 \times 10^{14} \Omega \text{cm}$ 、より好ましくは $1.0 \times 10^{10} \sim 1.0 \times 10^{13} \Omega \text{cm}$ の範囲内である。本発明の半導電性フィルムからなる電荷制御部材を転写ベルトまたはロール被覆チューブ、帯電ベルトまたはロール被覆チューブ若しくはブレードとして使用する場合には、その体積抵抗率の平均値は、好ましくは $1.0 \times 10^5 \sim 1.0 \times 10^{13} \Omega \text{cm}$ 、より好ましくは $1.0 \times 10^7 \sim 1.0 \times 10^{11} \Omega \text{cm}$ の範囲内である。

#### 【0061】

本発明の半導電性フィルムを用いて形成した電荷制御部材が均一な電荷制御機能を発揮するには、半導電性フィルムの体積抵抗率の場所によるバラツキが小さなことが望ましい。具体的には、本発明の半導電性フィルムは、その体積抵抗率の最大値が最小値の1～30倍、好ましくは1～10倍、より好ましくは1～5倍の範囲内である。半導電性フィルムの体積抵抗率の平均値及びバラツキの測定法は、後記の実施例に示されているとおりである。

#### 【0062】

本発明の半導電性フィルムは、JIS P 8115に規定されているMIT形試験機による耐折強さ試験法に従って、幅15mmの短冊型試験片を使用し、左右の折り曲げ角度135度、折り曲げ速度175c/s、及び厚み100 $\mu\text{m}$ 当たりの荷重9.8Nの条件で測定した切断するまでの往復折り曲げ回数が5,000回以上、好ましくは10,000回以上、より好ましくは20,000回以上である。

#### 【0063】

本発明の半導電性フィルムを用いて転写ベルトを形成することができる。画像形成装置に配置される転写ベルトは、一般に、駆動ローラの幅よりも長く、駆動ローラからはみ出た部分に蛇行防止リブが接着される。このため、転写ベルトが回転する際に、ローラのエッジ部分や蛇行防止リブの継ぎ目部分で転写ベルトが折曲運動をする場合がある。したがって、転写ベルトは、屈曲耐久性が強いことが望まれる。半導電性フィルムの耐折強さ試験における往復折り曲げ回数が少なすぎると、十分な屈曲耐久性を有するベルトを形成することができない。

#### 【0064】

本発明の半導電性フィルムの任意方向での引張破断伸びは、好ましくは10%以上、より好ましくは50%以上、さらに好ましくは100%以上であり、多くの場合200%以上である。引張破断伸びは、JIS K 7113に従って、幅10mm及び長さ100mmの試験片を用いて、引張試験機により、引張速度50mm/分及びチャック間距離50mmの条件で測定することができる。任意方向での引張破断伸びとは、通常、機械方向（MD）及びそれに対して直角方向（TD）である。MDは、フィルム成形時の押出方向であり、TDは、押出方向に対して直角方向（幅方向）である。

#### 【0065】

半導電性フィルムの任意方向での引張破断伸びが小さすぎると、耐久性が低下する。半導電性フィルムの引張破断伸びが低すぎると、該半導電性フィルムから形成されたベルトや被覆ローラなどの電荷制御部材の柔軟性が不足して、異物の巻き込み等による割れが発生し易くなる。

#### 【0066】

本発明の半導電性フィルムを用いて形成したベルトを転写ベルトとして使用する場合、該ベルトが歪むと、ベルト上に形成されるトナー画像の歪みや色ずれの原因になるため十分に高い弾性率が必要になる。本発明の半導電性フィルムの任意方向での引張弾性率は、1.8GPa以上であり、好ましくは1.8～4.0GPa、より好ましくは2.0～3

、0 GPa、特に好ましくは2.2~2.8 GPaの範囲内である。この引張弾性率は、JIS K 7113に従って、幅10 mm及び長さ100 mmの試験片を用いて、引張試験機により、引張速度50 mm/分及びチャック間距離50 mmの条件で測定することができる。任意方向とは、通常、MD及びTDである。

#### 【0067】

本発明の半導電性フィルムは、JIS K 6252に従って測定したフィルムの押出方向(MD)の引裂強度(M)と、押出方向に対して直角方向(TD)の引裂強度(T)との比(M/T)が、好ましくは2/3~3/2、より好ましくは3/4~4/3、特に好ましくは5/6~6/5の範囲内である。本発明の半導電性フィルムを用いて形成したベルトを転写ベルトとして使用する場合、特定方向の引裂強度が弱いと、ベルトの縦裂きが生じたり、弱い方向から破断し易くなる。本発明の半導電性フィルムは、成形方向による引裂強度の異方性が実質的にない。

#### 【0068】

本発明の半導電性フィルムは、示差走査熱量計(DSC)による熱分析により150~200℃の範囲内に吸熱ピークが検出されるものであって、かつ、吸熱ピークが10 J/g以上の結晶化吸熱 $\Delta H$ (結晶化エンタルピー)を示すものであることが好ましい。すなわち、本発明の半導電性フィルムは、PEEKの結晶化度が低いことが望ましい。PEEKの結晶化が高くなりすぎると、半導電性フィルムの引張弾性率が高くなる一方でフィルムが脆くなる傾向がある。半導電性フィルムの結晶化度は、DSCによる熱分析で検知されるフィルムの結晶化吸熱により判定することができる。本発明の半導電性フィルムは、DSCによる熱分析で150~200℃の範囲内に、好ましくは10 J/g以上、より好ましくは15 J/g以上、特に好ましくは20 J/g以上の結晶化吸熱( $\Delta H$ )を有するピークが検知される。

#### 【0069】

本発明の半導電性フィルムは、難燃性に優れており、UL 94 VTM燃焼性試験で好ましくはVTM-2以上、より好ましくはVTM-1以上、特に好ましくはVTM-0の高度の難燃性を示す。

#### 【0070】

### 7. 半導電性フィルムの製造方法

本発明の半導電性フィルムの成形に使用される樹脂組成物は、任意の方法と設備を用いて調製することができる。例えば、各原料成分をヘンシェルミキサー、タンブラー等の混合機により予備混合し、必要に応じてガラス繊維等の充填剤を加えてさらに混合した後、1軸または2軸の押出機を使用して混練し、押出して成型用ペレットとすることができる。必要成分の一部を用いてマスターバッチを調製し、このマスターバッチを残りの成分と混合する方法を採用してもよい。また、各原料成分の分散性を高めるために、使用する原料の一部を粉碎し、粒径を揃えて混合し、熔融押出することも可能である。

#### 【0071】

本発明の半導電性フィルムの製造方法では、PEEK100重量部に対して5~40重量部の導電性フィラーを含有する樹脂組成物を押出機に供給し、該樹脂組成物の温度を350~410℃の範囲内に制御しながら、リップクリアランスを1.0 mm以下に調整したTダイまたは環状ダイからフィルム状に熔融押出する。環状ダイを用いた場合には、チューブ状フィルムが熔融押出される。次いで、熔融状態のフィルムを60~120℃の範囲内の温度に制御した冷却ロールと接触させて冷却固化する。チューブ状フィルムは、60~120℃の範囲内の温度に制御した冷却マンドレルを通して冷却固化する。

#### 【0072】

本発明では、連続熔融押出成形法が好ましい。連続押出成形法としては、1軸または2軸スクリュウ押出機とTダイとを用い、熔融状態の樹脂組成物をリップから直下に押し出し、冷却ロール上にエアナイフなどにより密着させつつ冷却固化する方法を採用することができる。シームレスベルトの望ましい連続熔融押出成形法としては、1軸スクリュウ押出機とスパイラル環状ダイス(環状ダイ)を用い、環状ダイのリップから直下に熔融押

出し、内部冷却マンドレル方式によって内径を制御しながら引き取る方法が挙げられる。

【0073】

押出機内の樹脂組成物の温度（樹脂温度）は、350～410℃、好ましくは360～400℃、より好ましくは370～395℃の範囲内である。この樹脂温度は、ダイ温度により代表させることができる。

【0074】

Tダイ及び環状ダイのリップクリアランスは、1.0mm以下、好ましくは0.7mm以下、より好ましくは0.6mm以下、特に好ましくは0.5mm以下である。ダイリップからドロウダウンした熔融状態の樹脂組成物を引き取ってフィルム状（チューブ状フィルムを含む）に成形するが、その際、引き取り速度を制御して所望のフィルム厚みに調整する。リップクリアランスを小さくすることにより、熔融状態のフィルムの変形が小さくなり、厚みムラと体積抵抗率のムラが少なく、機械物性の異方性のない半導電性フィルムを得ることができる。

【0075】

熔融状態のフィルム（チューブ状フィルムを含む）を冷却する際に接触させる冷却ロールまたは冷却マンドレルの温度は、60～120℃、好ましくは70～100℃、より好ましくは80～90℃の範囲内である。冷却温度が高すぎると樹脂の結晶化が進み、半導電性フィルムが脆くなり易い。冷却温度が低すぎると冷却が不均一になり、平面性の良い半導電性フィルムを得ることが困難になる。

【0076】

本発明の半導電性フィルムは、150℃以上での高温剛性、難燃性、耐熱性、耐薬品性、寸法安定性、機械的特性に優れており、これらの諸特性が要求される広範な分野で利用される。

【0077】

8. 電荷制御部材

本発明の半導電性フィルムは、チューブ状に成形することができる。チューブ状の半導電性フィルムは、シームレスベルトとして、転写ベルトなどの電荷制御部材として用いることができる。また、ローラ基体上にチューブを被覆することにより、半導電性の被覆ローラを作製することができる。

【0078】

半導電性フィルムがフラットなフィルムである場合には、半導電性フィルムを二次加工することにより、各種の電荷制御部材に形成することができる。その一つの方法は、半導電性フィルムの加熱シームによるエンドレスベルトやチューブの成形である。本発明の半導電性フィルムを加熱シームで接着してベルト状に成形する場合は、シートの加熱箇所（再熔融箇所）は、一部分でもシート全体でもよい。

【0079】

本発明の半導電性フィルムは、他の素材から形成されたベルト基体（例えば、ポリイミドフィルムからなるベルト）上に被覆することにより、積層ベルトに形成することができる。また、本発明の半導電性フィルムは、他の導電性シートや半導電性シート、あるいは絶縁シートなどと2層以上に積層してもよい。積層するには、各層の界面を接着剤で張り合わせても、共押出により多層フィルムまたはシートとして成形してもよい。さらに、本発明の半導電性フィルムは、ローラ基体（例えば、芯金）上に被覆することにより、被覆ローラを形成することができる。本発明の半導電性フィルムまたは電荷制御部材の表面は、用途に応じて、他の樹脂をコーティングしたり、金属蒸着したり、艶消し加工してもよい。

【実施例】

【0080】

以下に実施例及び比較例を挙げて、本発明についてより具体的に説明する。本発明における物性や特性の測定方法は、次のとおりである。

【0081】

## (1) 厚み:

成形物の厚みは、ダイヤルゲージ厚み計（小野測器社製、商品名：DG-911）を用いて測定した。

## 【0082】

## (2) 体積抵抗率:

本発明において、体積抵抗率が  $10^8 \Omega \text{cm}$  以上の試料は、リング状プローブ（商品名：URS プローブ、三菱化学社製、内側の電極の外径 5.9 mm、外側の電極の内径 11.0 mm、外側電極の外径 17.8 mm）と測定ステージ（商品名：レジテーブル UFL、三菱化学社製）との間に試料を挟み、約 3 kg 重の圧力で押さえつけつつ、プローブの内側の電極と測定ステージとの間に 100 V の電圧を印加して、抵抗率測定装置（商品名：ハイレスタ UP、三菱化学社製）により体積抵抗率を求めた。

本発明において、体積抵抗率が  $10^8 \Omega \text{cm}$  未満の試料は、印加電圧を 10 V にして、体積抵抗率が  $10^8 \Omega \text{cm}$  以上の試料と同様の方法で体積抵抗率を求めた。

このようなリング電極法による体積抵抗率測定法は、JIS K 6911 に規定されている。

## 【0083】

## (3) 平均値及びバラツキの算出:

上記の厚み及び体積抵抗率の測定において、これらの値を測定すべき試料の表面積  $1 \text{ m}^2$  当たり任意に選んだ 20 点の測定点について測定し、その最大値、最小値、及び平均値（算術平均）を求めた。バラツキは、最大値/最小値を算出することにより求めた。なお、半導電性フィルムを用いて形成した電荷制御部材の如き成形物については、任意に選んだ 20 個の成形物について 1 個につき 1 点（計 20 点）測定し、その最大値、最小値、平均値（算術平均）を求める方法を採用することができる。

## 【0084】

## (4) 引張弾性率及び引張破断伸び:

JIS K 7113 に従って、幅 10 mm 及び長さ 100 mm の短冊型試験片を用い、引張試験機（TENSILON RTM100 型、オリエンテック社製）により、引張速度 50 mm/分及びチャック間距離 50 mm の条件で測定した。測定個数  $n = 5$  を測定し、算術平均を算出した。

## 【0085】

## (5) 引裂強度:

JIS K 6252 に従って、トラウザ形試験片を用い、100 mm/分のつかみ具移動速度で評価した。測定個数  $n = 5$  を測定し、算術平均を算出した。

## 【0086】

## (6) 耐折強さ試験:

JIS P 8115 に規定されている MIT 形試験機による耐折強さ試験法に従って、幅 15 mm の短冊型試験片を使用し、左右の折り曲げ角度 135 度、折り曲げ速度 175 c/s (cycle per second)、及び厚み  $100 \mu\text{m}$  当たりの荷重 9.8 N の条件で切断するまでの往復折り曲げ回数を測定した。

MIT 形試験機（クロスの耐折強さを測定する試験機）では、耐折回数 (fold number)、すなわち、紙及び板紙の試験片が切断するまでの往復折り曲げ回数を測定し、それによって、耐折強さ (holding endurance) を評価しているが、本発明では、この測定法を採用する。

なお、厚み  $100 \mu\text{m}$  当たりの荷重 9.8 N は、フィルム厚みが増加すると比例して変化し、例えば、フィルム厚み  $50 \mu\text{m}$  の場合、荷重 4.9 N となる。測定個数  $n = 5$  を測定し、算術平均を算出した。

## 【0087】

## (7) 示差走査熱量 (DSC) 測定:

示差走査熱量測定装置（製品名：DSC30、Mettler 社製）とデータプロセッサ（製品名：TC10A、Mettler 社製）とを用い、フィルムを下記条件により D



SC法によって測定した。試料は、75℃で10時間コンディショニングした後測定した。ファーストランにより、結晶融解ピーク温度と $\Delta H$ を求めた。測定条件は、試料重量=10mg、測定開始温度=30℃、測定終了温度=400℃、昇温速度=10℃/分であった。

# 【0088】

## 【実施例1】

ポリエーテルエーテルケトン（Victrex社製、商品名「ビクトレックスPEEK 450G」）94.0重量部、及び導電性カーボンブラック（オイルファーンエスブラック、ケッチェンブラックインターナショナル製、商品名「ケッチェンブラックEC」、揮発分=0.5%、DBP吸油量=360ml/100g、pH=9）6.4重量部をヘンシェルミキサーにて均一にドライブレンドし、次いで、ブレンド物を45mm $\phi$ 二軸混練押出機（池貝鉄鋼社製PCM-46）へ供給し、シリンダー温度260～385℃にて混練し、熔融押出してペレットに成形した。

# 【0089】

このペレットを1軸スクリュウ押出機に供給して、ダイ温度（樹脂温度）390℃でリップクリアランス0.5mmのT型ダイス（Tダイ）からフィルム状に熔融押出し、次いで、熔融状態のフィルムを85℃に温度調節した冷却ロールと接触させて、厚み約50 $\mu$ m、幅約300mmのフィルムを製造した。このフィルムの押出方向（長手方向）の両端をスリットして、中央部の幅200mmを製品（半導電性フィルム）とした。結果を表1～3に示す。

# 【0090】

## 【実施例2～4及び比較例1～5】

原料の組成及び成膜条件を表1に示すように変えたこと以外は、実施例1と同様にして、厚み約50 $\mu$ m、幅約300mmのフィルムを製膜した。結果を表1～3に示す。ただし、比較例2～4で得られたフィルムは、押出方向（MD）に厚みムラが発生した。

# 【0091】

【表1】

		組成 [重量部]		製膜条件			引張 弾性率 [GPa]		引張 破断伸び [%]	
		PEEK	導電性 カーボン ブラック	リップクリ アランス [mm]	ダイ温度 [℃]	冷却ロール 温度[℃]	MD	TD	MD	TD
実施例	1	94.0	6.4(KB)	0.5	390	85	2.3	2.3	>200	>200
	2	93.0	7.5(KB)	0.5	390	85	2.4	2.4	>200	>200
	3	92.0	8.7(KB)	0.5	390	85	2.5	2.5	>200	>200
	4	85.0	17.6(AB)	0.5	390	85	2.5	2.5	>200	>200
比較例	1	100.0	—	0.5	390	85	2.2	2.2	>200	>200
	2	93.0	7.5(KB)	1.5	390	85	2.4	2.4	>200	120
	3	93.0	7.5(KB)	0.5	430	85	2.4	2.4	>200	>200
	4	93.0	7.5(KB)	0.5	390	210	3.5	3.5	50	5
	5	93.0	7.5(KB)	0.5	390	20	2.4	2.4	>200	>200

# 【0092】

## （脚注）

（1）PEEK：ポリエーテルエーテルケトン、ビクトレックス社製、商品名「ビクトレックスPEEK 450G」

（2）KB：オイルファーンエスブラック、ケッチェンブラックインターナショナル製、商品名「ケッチェンブラックEC」、揮発分=0.5%、DBP吸油量=360ml/100g

0 g、pH=9

(3) AB: アセチレンブラック、電気化学工業製、商品名「デンカブラック」、揮発分=0.03%、DBP吸油量=125ml/100g、pH=9

【0093】

【表2】

		厚み [ $\mu\text{m}$ ]		体積抵抗率 [ $\Omega\text{cm}$ ]	
		平均値	最大値/最小値	平均値	最大値/最小値
実施例	1	50	1.1	$8.3 \times 10^{13}$	2.0
	2	48	1.1	$2.3 \times 10^{13}$	3.5
	3	51	1.1	$2.0 \times 10^9$	4.9
	4	52	1.1	$2.1 \times 10^{12}$	3.4
比較例	1	50	1.1	$>1.0 \times 10^{14}$	-
	2	53	1.4	$5.1 \times 10^{13}$	33.5
	3	48	1.5	$6.6 \times 10^{11}$	35.0
	4	50	1.1	$1.3 \times 10^{13}$	15.2
	5	53	1.6	$9.1 \times 10^{12}$	46.0

【0094】

【表3】

		150~200℃の結晶 化吸熱 ( $\Delta H$ ) [J/g]	耐折強さ試験 切断するまでの往復 折り曲げ回数		引裂強度 [N]	
			MD	TD	MD	TD
実施例	1	22.1	>20000	>20000	0.29	0.29
	2	22.0	>20000	>20000	0.29	0.29
	3	21.9	>20000	>20000	0.27	0.27
	4	20.1	>20000	>20000	0.26	0.26
比較例	1	27.0	>20000	>20000	0.30	0.30
	2	21.4	>20000	>20000	0.17	0.30
	3	19.8	>20000	>20000	0.28	0.28
	4	ピーク無し	2500	1800	0.32	0.37
	5	22.0	>20000	>20000	0.29	0.29

【産業上の利用可能性】

【0095】

本発明の半導電性フィルムは、電子写真方式や静電記録方式の画像形成装置における帯電ベルトや転写ベルトなどの電荷制御部材として好適である。本発明の半導電性フィルムは、帯電防止性、塵埃吸着防止性を生かした用途、例えば、壁紙、OA機器の外装材などにも使用することができる。

【書類名】要約書

【要約】

【課題】厚みのバラツキと場所による体積抵抗率のバラツキが小さく、しかも耐折強さ（耐屈曲性）が顕著に優れた半導電性フィルムとその製造方法を提供すること。

【解決手段】ポリエーテルエーテルケトンと導電性フィラーを含有する樹脂組成物から形成された半導電性フィルムとその製造方法である。半導電性フィルムの厚みの平均値が $30 \sim 250 \mu\text{m}$ で、かつ厚みの最大値が最小値の $1 \sim 1.3$ 倍であり、体積抵抗率の平均値が $1.0 \times 10^2 \sim 1.0 \times 10^{14} \Omega\text{cm}$ で、かつ体積抵抗率の最大値が最小値の $1 \sim 30$ 倍であり、耐折強さ試験法により測定した往復折り曲げ回数が $5,000$ 回以上である。

【選択図】なし

特願 2 0 0 3 - 3 4 6 8 5 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 1 1 0 0 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都中央区日本橋堀留町 1 丁目 9 番 1 1 号

氏 名

呉羽化学工業株式会社